

# (19) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES PATENT- UND MARKENAMT** 

# **® Offenlegungsschrift**

(51) Int. Cl.6: C 09 J 5/02 <sub>®</sub> DE 198 51 644 A 1

(2) Aktenzeichen:

198 51 644.4

(2) Anmeldetag:

10.11.98

(3) Offenlegungstag:

5. 8.99

(66) Innere Priorität:

197 50 374.8

14. 11. 97

(71) Anmelder:

Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH, 55129 Mainz.

(12) Erfinder:

(Volk, Peter, 55252 Mainz-Kastel, DE; Bader, Raoul, Dr., 55130 Mainz, DE; Jacob, Petra, 55131 Mainz, DE; Moritz, Holger, Dr., 55128 Mainz, DE

# Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (34) Verfahren zum Verbinden von mikrostrukturierten Werkstücken aus Kunststoff sowie nach diesem Verfahren erhaltenes Bauteil
- Es wird ein Verfahren zum Verbinden von zwei Werkstücken, von denen zumindest das erste Werkstück an der zu verbindenden Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist, beschrieben, bei dem die Mikrostrukturen keinen erhöhten Temperaturen ausgesetzt werden. Im ersten Schritt wird zwischen die zu verbindenden Werkstücke ein oder mehrere organische Lösungsmittel aufbegracht, die den Kunststoff der zu verbindenden Fläche anzulösen vermögen. Im zweiten Schritt werden die Werkstücke so miteinander in Kontakt gebracht, daß die überwiegende Anzahl der zwischen den Strukturen liegenden Bereiche mit der Umgebung verbunden ist, d. h. sich keine von der Umgebung abgeschlossenen Hohlräume bilden. Nach einer kurzen Verweilzeit wird im dritten Schritt zur raschen Entfernung der Lösungsmittel ein Unterdruck angelegt. Das Verfahren eignet sich besonders zur Realisierung miniaturisierter Fluidiksysteme für biotechnologische Anwendungen. Weiterhin bezieht sich die Erfindung auf nach diesem Verfahren erhaltene Bauteile.

#### Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Verbinden zweier Werkstücke, von denen zumindest das erste Werkstück an der zu verbindenden Fläche Mikrostrukturen aus 5 Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist. Weiterhin betrifft die Erfindung ein Bauteil umfassend mindestens zwei miteinander verbundene Körper, von denen mindestens ein Körper an der mit dem anderen Körper verbundenen Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit 10 kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist.

Verfahren zum Verbinden von Werkstücken aus Kunststoff finden in allen Gebieten der Technik Anwendung. Insbesondere im Bereich der Biotechnologie, beispielsweise für Reaktions- und Analysensysteme, sowie der Hydraulik und Pneumatik werden zunehmend miniaturisierte Fluidiksysteme aus Kunststoff benötigt. Hierzu werden zu einer Seite hin offene Mikrostrukturen in Kunststoff abgeformt. Zur Ausbildung von geschlossenen Fluidiksystemen wird die Mikrostrukturen, wie Stege, Nuten oder kanalartige Ausnehmungen, aufweisende Oberfläche dieser Kunststoffkörper mit einer dünnen Kunststofflolie überzogen oder mit anderen strukturierten Kunststoffkörpern verbunden.

M. A. Roberts et. al. (Anal. chem. 69, 1997, 2035–2042) beschreiben die Herstellung miniaturisierter Analysensysteme mit Kanälen für Flüssigkeiten. Hierzu wird auf einen mikrostrukturierten Kunststoffkörper eine Folie mit einer oberen Schicht aus Polyethylenterephthalat und einer unteren dünnen Schicht aus Polyethylen bei 125°C auflaminiert. R. M. McCormick et. al. (Anal. Chem. 69, 1997, 30 2626–2630) beschreiben die Herstellung spritzgegossener Kunststoffchips mit Mikrokanälen für die Elektrophorese von DNA. Durch Auflaminieren einer Kunststoffdeckfolie auf die mit Nuten versehenen Kunststoffkörper werden die Mikrokanäle gebildet. Beim Auflaminieren wird über 5 Minuten eine Temperatur von 105°C angewendet.

Entscheidender Nachteil dieser Verfahren ist die Anwendung erhöhter Temperaturen, bei denen je nach verwendetem Kunststoff kleinste Mikrostrukturen Schaden nehmen können. Da die Folie auf der aufzulaminierenden Seite einen 40 Kunststoff mit einer niedrigen Erweichungstemperatur aufweist, besteht, insbesondere bei biotechnologischen Anwendungen, die Gefahr der Kontamination der Mikrostrukturen. Weiterhin können mit diesen Verfahren nur Folien einer Dicke < 500 µm auf mikrostrukturierte Körper auflaminiert, 45 aber keine Kunststoffkörper miteinander verbunden werden.

Ausgehend vom oben beschriebenen Stand der Technik, ist die Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zum Verbinden von zwei Werkstücken bereitzustellen, von denen mindestens das erste Werkstück an der zu verbindenden Fläche 50 Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist, bei dem die Werkstücke keinen erhöhten Temperaturen ausgesetzt werden müssen, und das eine kostengünstige Massenfertigung erlaubt. Weiterhin ist es Aufgabe der Erfindung, mindestens zwei Körper um- 55 fassende Bauteile zur Verfügung zu stellen, von denen mindestens ein Körper an der mit dem anderen Körper verbundenen Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist.

Hierzu wird zwischen die zu verbindenden Werkstücke 60 ein organisches Lösungsmittel oder ein Gemisch organischer Lösungsmittel aufgebracht, wobei mindestens eines der Lösungsmittel den Kunststoff der zu verbindenden Fläche mindestens eines Werkstücks anzulösen vermag. Die beiden Werkstücke werden so miteinander in Verbindung 65 gebracht, daß die überwiegende Anzahl der zwischen den Strukturen liegenden Hohlräume mit der Umgebung in Verbindung steht. Es ist völlig ausreichend, wenn Hohlräume

2

nicht selbst, sondern über andere Hohlräume, beispielsweise Kanäle, zur Umgebung hin offen sind. Hierdurch wird eine Bildung von der Umgebung abgeschlossener Hohlräume vermieden. Dies kann beispielsweise dadurch erfolgen, daß die Strukturen des ersten Werkstücks nicht vollständig vom zweiten Werkstück abgedeckt werden, oder/und daß eines oder beide der Werkstücke die Strukturen mit der Umgebung verbindende Löcher bzw. Durchbrüche aufweisen. Nach einer kurzen Verweilzeit wird durch Anlegen eines Unterdrucks das bzw. die zwischen den beiden Werkstücken befindlichen Lösungsmittel zumindest weitgehend entfernt. Dadurch, daß die Strukturen keine nach außen abgeschlossenen Hohlräume bilden, sondern die überwiegende Anzahl mit der Umgebung verbunden ist, können durch Anlegen eines Unterdrucks die zwischen den Mikrostrukturen verbliebenen Lösungsmittel rasch entfernt werden. Darüberhinaus diffundiert das bzw. die Lösungsmittel aus Bereichen zwischen den Kontaktflächen nicht nur über die Außenkanten der Bauteile, sondern auch über die durch die Strukturen gebildeten Hohlräume in die Umgebung.

Das Kleben von Kunststoffen, insbesondere thermoplastischen Kunststoffen, alleine mit Hilfe von Lösungsmitteln, also ohne weitere Zusätze, wie Polymere, ist als Diffusionskleben bekannt (G. Habenicht, Kleben - Grundlagen, Technologie, Anwendungen, S. 442 und 443, Springer-Verlag, Berlin 1990, 2. Auflage). Die Lösungsmitteldiffusion an der Kunststoffoberfläche führt zu einem Quellvorgang und damit einer Volumenzunahme des Substrats, wodurch größere Klebefugen überbrückt werden können. Zur Erreichung einer optimalen Festigkeit der Klebung wird genannt, daß alle Lösungsmittelanteile vollständig entfernt sein müssen, was je nach Fügeteildicke Tage oder Wochen dauern kann. Weiterhin verursachen niedrigsiedende Lösungsmittel, also eine schnelle Verdunstung der Lösungsmittel, Eigenspannungen und damit Schädigungen in der Klebefuge, weshalb die Verwendung von Lösungsmittelgemischen aus Hoch-, Mittelund Leichtsiedern empfohlen wird. Um ein Ablaufen der Lösungsmittel und damit ein Anlösen des Substrats außerhalb der Klebefuge zu vermeiden, wird eine Erhöhung der Viskosität durch Zusatz von beispielsweise Polymeren vorgeschlagen.

Ausgehend von dieser Auffassung der Fachwelt ist beim Diffusionskleben zur Ausbildung qualitativ ausreichender Klebungen, bedingt durch ein notwendigerweise langsames Ausdiffundieren der Lösungsmittel, eine Zeit von Tagen bis Wochen erforderlich. Der mit der langen Kontaktzeit mit dem Lösungsmittel einhergehende Quellvorgang, der bei unstrukturierten Werkstücken zur Überbrückung von Klebefugen vorteilhaft ist, führt bei mikrostrukturierten Werkstükken jedoch zu einer Zerstörung der Mikrostrukturen. Selbst niedrig siedende Lösungsmittel verbleiben zu lange im Bereich der Hohlräume mikrostrukturierter Kontaktflächen und führen damit zu deren Schädigung. Eine Verwendung von lösungsmittelarmen Klebstoffen, die polymere Grundstoffe zur Erhöhung der adhäsiven Wechselwirkung enthalten, würde jedoch zu einem unerwünschten Ausfüllen der Hohlräume zwischen den Mikrostrukturen mit Feststoffen führen. Diese Problematik wurde in dem eingangs genannten Stand der Technik durch die Anwendung thermischer Laminierverfahren umgangen.

Hiernach völlig überraschend haben Versuche mit mikrostrukturierten Kunststoffkörpern ergeben, daß ein rasches Entfernen von Lösungsmitteln durch Anlegen eines Unterdrucks zu guten Verbindungen zwischen den Körpern führt, wenn keine abgeschlossenen Hohlräume zwischen den zu verbindenden Flächen vorliegen. Die erzielten Verbindungsflächen waren homogen und wiesen keine Schädigungen auf. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren konnten bei-

spielsweise in einem Polymethylmethacrylat (PMMA)-Substrat 20 nebeneinander angeordnete 50 µm breite Kanäle mit Zwischenstegen einer Breite von 50 µm durch Aufbringen einer 125 µm dicken PMMA-Folie gegeneinander abgedichtet werden. Dagegen ergaben Versuche, die mikrostrukturierte Oberfläche eines Körpers unter Bildung von zur Umgebung vollständig abgeschlossener Hohlräume mit einem zweiten Kunststoffkörper zu verbinden, eine sehr inhomogene, Risse und Blasen aufweisende Verbindungsfläche.

Nach einer ersten Ausführungsform erfolgt das Anlegen des Unterdrucks derart, daß der Druck der Umgebung der beiden Werkstücke abgesenkt wird. Hierzu werden beispielsweise die miteinander in Kontakt gebrachten Werkstücke in eine Vakuumkammer überführt und nach einer kurzen Verweilzeit der Druck in der Kammer abgesenkt. Durch die Wahl der Höhe des Drucks und des Lösungsmittels bzw. des Lösungsmittelgemisches kann in Abhängigkeit von der Strukturierung der Werkstücke die Zeit, innerhalb der das Lösungsmittel im Hinblick auf eine ausreichende Festigkeit unter Erhalt der Mikrostrukturen ausreichend enternt wird, beeinflußt werden.

Nach einer zweiten Ausführungsform wird der Unterdruck derart an zwischen den Mikrostrukturen liegenden, mit der Umgebung verbundenen Hohlräumen angelegt, daß der Druck in diesen Hohlräumen gegenüber dem Druck der 25 Umgebung der beiden Werkstücke abgesenkt wird. Hierzu wird beispielsweise eine mit den Hohlräumen in Verbindung stehende Offnung der beiden Werkstücke mit einer Unterdruckvorrichtung druckdicht verbunden. Gegebenenfalls sind weitere mit den Hohlräumen in Verbindung stehende 30 Offnungen druckdicht zu verschließen oder ebenfalls mit der Unterdruckvorrichtung zu verbinden. Der Druck innerhalb der Hohlräume kann so gezielt erniedrigt und damit das Lösungsmittel entfernt werden. Aufgrund der Differenz zwischen dem Umgebungsdruck und dem Druck innerhalb 35 der Hohlräume werden beide Werkstücke verstärkt aneinander gedrückt. Dies kann beispielsweise bei der Verwendung einer Kunststoffolie als zweites Werkstück Abweichungen von einer einheitlichen Strukturhöhe des ersten Werkstückes ausgleichen helfen. Darüber hinaus ist dieser Fügevorgang 40 ohne weiteres automatisierbar, wodurch mikrostrukturierte Kunststoffkörper in großen Stückzahlen zusammengefügt werden können.

Vorteilhaft wird nach der ersten und der zweiten Ausführungsform der Druck unter den Dampfdruck des am niedrigsten siedenden Lösungsmittels, besonders vorteilhaft unter den Dampfdruck des am höchsten siedenden Lösungsmittels abgesenkt. Hierdurch kommt es zu einer besonders raschen Entfernung des Lösungsmittels. Dies ermöglicht die Verwendung von den betreffenden Kunststoff gut anlösenden Lösungsmitteln, da durch die rasche Entfernung eine Schädigung der Mikrostrukturen vermieden wird. Darüber hinaus gestattet dies eine beträchtliche Verkürzung der Fügezeit.

Nach einer dritten Ausführungsform wird der Unterdruck 55 derart an zwischen den Mikrostrukturen liegenden Hohlräumen, die über mindestens zwei Öffnungen mit der Umgebung in Verbindung stehen, angelegt, daß Luft durch diese Hohlräume gesaugt wird. Hiernach wird, entsprechend der zweiten Ausführungsform, mindestens eine mit den Hohlräumen in Verbindung stehende Öffnung der beiden Werkstücke mit einer Unterdruckvorrichtung verbunden. Jedoch weisen die beiden Werkstücke mindestens eine zweite Öffnung auf, die mit den gleichen Hohlräumen in Verbindung steht. Im Gegensatz zu der zweiten Ausführungsform wird diese Öffnung nicht druckdicht verschlossen oder mit der Unterdruckvorrichtung verbunden, sondern bleibt zur Umgebung hin offen. Hierdurch wird bei Anlegen eines Unter-

4

drucks an die erste Öffnung das sich in den Hohlräumen befindliche Lösungsmittel herausgesaugt und Luft durch die Hohlräume hindurchgesaugt. Auch nach dieser Ausführungsform ist eine schnelle Entfernung des Lösungsmittels gewährleistet, wobei die Werkstücke möglichst wenig Hohlräume, in denen das Lösungsmittel nicht abgesaugt wird, sogenannte Totzonen, aufweisen sollten. Durch die sich mit der zwischen der ersten und der zweiten Öffnung aufbauenden Druckdifferenz einhergehende Druckabsenkung im Vergleich zum Umgebungsdruck werden, wie bei der zweiten Ausführungsform, die beiden Werkstücke verstärkt aneinander gedrückt. Um eine Kontamination der Hohlräume durch hindurchströmende Umgebungsluft zu vermeiden, ist es vorteilhaft, ein gereinigtes Gas der zweiten Öffnung zuzuführen.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders vorteilhaft für Werkstücke, die an der zu verbindenden Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 500 µm aufweisen. Auch bei Strukturen im unteren Mikrometerbereich sowie Submikrometerbereich ist das Verfahren geeignet.

Mindestens ein Werkstück weist an der zu verbindenden Fläche einen Kunststoff auf, der sich mit einem oder mehreren organischen Lösungsmitteln anlösen läßt. So eignet sich dieses Verfahren besonders zum Verbinden von Thermoplasten ausreichender Löslichkeit, wie beispielsweise Polymethylmethacrylat (PMMA), Polycarbonate (PC), Polystyrol (PS), Polyoxymethylen (POM), Polyetheretherketon (PEEK), Polysulfon (PSU), Polybutylenterephthalat (PBT), Polycthylenterephthalat (PET), Polyvinylidenfluorid (PVDF), Cycloolefinpolymere (COP), Copolymere auf der Basis von Cycloolefinen und Ethylen (COC) oder Copolymere auf der Basis von Acrylnitril, Butadien und Styrol (ABS).

Das zweite Werkstück, das ebenfalls Mikrostrukturen aufweisen kann, besteht vorteilhaft ebenfalls aus einem Kunststoff, beispielsweise einer Kunststoffolie. Als Material des zweiten Werkstücks eignet sich jedoch auch beispielsweise Glas oder Quarzglas. Das zweite Werkstück kann an der zu verbindenden Fläche jedoch auch ein oder mehrere andere Materialien aufweisen.

Es kann vorteilhaft sein, vor der Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens die zu verbindende Fläche eines oder beider Werkstücke einer mechanischen, physikalischen oder/und chemischen Oberflächenbehandlung zu unterziehen. Hierdurch kann das Anlöseverhalten einer Kunststoffoberfläche gegenüber Lösungsmitteln verbessert werden.

Geeignete Lösungsmittel vermögen den Kunststoff der zu verbindenden Fläche mindestens eines Werkstücks anzulösen. In der Regel eignen sich zum Anlösen polarer Kunststoffe eher polare Lösungsmittel und zum Anlösen unpolarer Kunststoffe eher Lösungsmittel geringer Polarität. Daher eignen sich für das erfindungsgemäße Verfahren je nach verwendetem Kunststoff ein oder mehrere Lösungsmittel aus der Gruppe der niedermolekularen (C1-C10) gesättigten oder ungesättigten linearen, verzweigten oder cyclischen, gegebenenfalls substituierten Alkane, Alkohole, Ether, Ester, Aldehyde, Ketone, N, N-Dialkylamide, aromatischen Verbindungen oder deren Mischungen. Geeignete Substituenten sind beispielsweise Halogene, wie Fluor oder Chlor. Beispiele für Lösungsmittel der obigen Gruppe sind Dichlormethan, Trichlormethan, Trichlorethylen, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan, Decan, Decahydronaphthalin, Methanol, Ethanol, Propanol, Hexafluorpropanol, Butanol, Pentanol, Hexanol, di-n-Butylether, tert.-Butylmethylether, Tetrahydrofuran, Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl- oder Pentylacetat, Aceton, Hexafluoraccton-Hydrate, Methylethylketon, Methylisobutylketon, Cyclopentanon, Cyclohexanon, N, N-Di-

methylformamid, N, N-Dimethylacetamid, Toluol oder Xylol.

Vorteilhaft eignen sich Mischungen mindestens zweier Lösungsmittel, von denen das erste den betreffenden Kunststoff gut an löst und das zweite Lösungsmittel weniger gute Anlöseeigenschaften besitzt. Besonders vorteilhaft weist das zweite Lösungsmittel einen höheren Dampfdruck als das erste Lösungsmittel auf. Ein geeignetes Mischungsverhältnis der Lösungsmittel für den betreffenden Kunststoff ist dadurch gekennzeichnet, daß gute Verbindungsergebnisse bei gleichzeitigem Erhalt empfindlicher Strukturen erzielt werden, d. h. ohne daß in der vorgegebenen Verweilzeit die Mikrostrukturen beschädigt werden. Daher haben die Auswahl der Lösungsmittel und die Optimierung des Mischungsverhältnisses nicht nur im Hinblick auf die Kunststoffe, sondern auch auf die jeweils vorliegenden Mikrostrukturen zu erfolgen.

Die Werkstücke können durch Aufeinanderlegen oder durch Aneinanderpressen in Kontakt gebracht werden. Vorteilhaft erfolgt dies bei Temperaturen zwischen 10°C und 20 40°C. Je nach den Lösungseigenschaften der verwendeten Mischung bzw. des verwendeten Lösungsmittels sind unterschiedlich lange Verweilzeiten vor dem Anlegen eines Unterdrucks zur Entfernung der Lösungsmittel erforderlich. Als vorteilhaft haben sich Verweilzeiten < 1 Stunde, insbesondere < 10 Minuten erwiesen. Lange Verweilzeiten können zu Schädigungen empfindlicher Strukturen führen. Nach Ablauf der Verweilzeit wird der Unterdruck angelegt, um die Lösungsmittel zu entfernen.

Dadurch, daß die überwiegende Anzahl der Hohlräume zwischen den Mikrostrukturen mit der Umgebung verbunden ist, wird durch Absenken des Drucks in den Mikrostrukturen befindliches Lösungsmittel rasch entfernt. Da dem Lösungsmittel keine Zusätze, wie Polymere, beigefügt sind, bleiben keine Feststoffe in den Strukturen zurück. Über die Kanten zwischen den beiden Werkstücken, also die Außenkanten sowie die sich im Bereich der Mikrostrukturen befindlichen Kanten, gelangen die Lösungsmittel aus dem Bereich der Kontaktflächen in die Umgebung. Die Kontaktzeit der miteinander verbundenen Werkstücke bei angelegtem Unterdruck soll mindestens so bemessen sein, daß die Lösungsmittel so weitgehend entfernt werden, daß eine ausreichende Qualität der Verbindung gewährleistet ist.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich Kunststoffkörper unter Erhalt mikrostrukturierter Oberflächen 45 schnell und damit kostengünstig miteinander verbinden. Da nicht notwendigerweise erhöhte Temperaturen zum Einsatz kommen, kann dieses Verfahren je nach Wahl der Lösungsmittel auch bei Strukturen mit biologisch aktivem Material eingesetzt werden.

Die Erfindung bezieht sich ebenfalls auf Bauteile, die mindestens zwei miteinander verbundene Körper umfassen, von denen mindestens ein Körper an der mit dem anderen Körper verbundenen Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist. Die 55 Körper sind mit dem erfindungsgemäßen Verfahren verbunden, wobei die überwiegende Anzahl der zwischen den Strukturen liegenden Hohlräume mit der Umgebung in Verbindung steht.

Besonders vorteilhaft weisen solche Bauteile Mikrostrukturen zum Lagern, Durchleiten, Dosieren, Mischen, Trennen, Wärme Tauschen, chemischen Umsetzen oder/und Detektieren von mindestens einem Stoff auf. Dies können sowohl passive als auch aktive Mikrostrukturen sein. Passive
Strukturen sind beispielsweise mit Ein- und Auslässen zur
65
Fluidzu- und Fluidabführung verbundene kanalartige Ausnehmungen mit Misch- oder/und Reaktionsräumen. Aktive
Strukturen können Sensoren, beispielsweise zur Leitfähig-

6

keitsmessung, oder Mikroventile sein. Vorteilhaft ist der Stoff ein Gas oder eine Flüssigkeit oder der Stoff, insbesondere Biomoleküle, ist in einer Flüssigkeit gelöst.

Ein Beispiel für solch ein Bauteil ist ein Kunststoffplättchen, das parallel zueinander verlaufende Nuten aufweist,
wobei die Nuten an ihren Endbereichen jeweils eine Elektrode aufweisen. Auf das Kunststoffplättchen ist mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine dünne Kunststoffolie angebracht, die die Nuten bis auf Öffnungen im Elektrodenbereich bedeckt. Solch ein Bauteil findet Verwendung in der
Kapillar-Elektrophorese zur Trennung von DNA- oder Protein-Fragmenten.

Zum Lagern von Stoffen, beispielsweise von Substanzbibliotheken in der kombinatorischen Chemie, können eine Vielzahl von miniaturisierten Hohlräumen vorgesehen sein. Zum Dosieren von Flüssigkeiten kann solch ein Bauteil mit Kanälen verbundene Öffnungen aufweisen.

Zur Trennung oder/und Detektion von Biomolekülen können Oberstächen der Mikrostrukturen funktionalisiert sein. Zur optischen Detektion kann das Bauteil oder Bereiche hiervon aus einem optisch transparenten Kunststoff bestehen. Zur Durchführung von chemischen Umsetzungen können Oberstächen oder Hohlräume katalytisch aktives Material aufweisen.

Aufgrund der einfachen abformtechnischen Herstellung solcher Körper, insbesondere unter Verwendung von mikrotechnisch hergestellten Formeinsätzen, und mittels des erfindungsgemäßen Verbindungsverfahrens lassen sich solche Bauteile in großen Stückzahlen kostengünstig fertigen und können beispielsweise in der medizinischen Analytik oder der pharmazeutischen Wirkstofforschung Verwendung finden, wobei durch die kostengünstige Fertigung der einmalige Gebrauch ermöglicht und damit Reinigungsprozesse und eine Kontaminationsgefahr vermieden werden.

Im folgenden werden anhand von Beispielen geeignete Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens erläutert.

#### 1. Beispiel

Es wurden etwa 2,5 cm × 7,5 cm große PMMA-Platten (Plexiglas vom Typ 7 HLE von Röhm) mit Nuten einer Breite und Tiefe von 50 µm und einer Länge von über 29 mm bei Abständen von 200 µm bis 30 µm eingesetzt. Diese Platten wurden jeweils mit PMMA-Folie (Plexiglas von Rhöm AG) einer Dicke von 125 μm und 250 μm sowie einer PMMA-Platte einer Dicke von 2 mm verbunden, wobei jeweils mindestens ein Ende der Nuten nicht abgedeckt wurde, so daß keine abgeschlossenen Hohlräume gebildet wurden. Vor dem Verbinden wurden die Teile in einer Tensidlösung gereinigt. Geeignete Lösungsmittel waren reines Butylacetat, Gemische von Butylacetat und 1-Propanol in Verhältnissen von bis zu 3:5, Butylacetat und 1-Hexanol im Verhältnis 1:1 sowie Pentylacetat und 1-Hexanol im Verhältnis 2:1. Zwischen der PMMA-Platte und PMMA-Folie wurde das jeweilige Lösungsmittelgemisch mit einer Pipette eingebracht und beide Teile für etwa 1 bis 3 Minuten in Kontakt gebracht. Gemäß der ersten Ausführungsform wurde zum Verbinden von Platten mit Folien der Umgebungsdruck für etwa 10 min auf 10<sup>-4</sup> mbar abgesenkt. Im Falle der Verbindung von Platten untereinander haben sich längere Kontaktzeiten von bis zu mehreren Stunden bei erniedrigtem Umgebungsdruck als vorteilhaft erwiesen. Mit gleichem Erfolg konnte auch die zweite und dritte Ausführungsform, nach der der Unterdruck gezielt an die Hohlräume, ohne Absenkung des Umgebungsdrucks, angelegt wird, zum Verbinden eingesetzt werden.

7

# 2. Beispiel

Eine PMMA-Platte mit 4 µm breiten Nuten im Abstand von wenigen µm wurde mit einer 125 µm dicken PMMA-Folie verbunden. Eingesetzt wurde eine Mischung aus Butylacetat und 1-Propanol im Verhältnis 1:2 bei gleichen Versuchsbedingungen wie in Beispiel 1.

#### 3. Beispiel

Eine PMMA-Platte, die eine 27 cm lange, mäanderartig gewundene Nut einer Breite von 80 bis 200 μm und einer Tiefe von 80 μm aufwies, wobei die Nuten durch Stege einer Breite von 80 bis 200 μm voneinander getrennt waren, wurde mit einer 125 μm dicken PMMA-Folie mit der gleichen Lösungsmittel-Mischung und unter den gleichen Versuchsbedingungen wie in Beispiel 2 verbunden. Die zweite und die dritte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erweisen sich hier aufgrund des langen Kanals als sehr vorteilhaft.

#### 4. Beispiel

Eine PMMA-Platte mit 50  $\mu m$  breiten Nuten im Abstand von 20  $\mu m$  bis 200  $\mu m$  wurde mit einem in der Mikroskopie 25 üblichen Deckglas von 2 cm  $\times$  2 cm verbunden. Als Lösungsmittel wurde Butylacetat gewählt und die Bedingungen von Beispiel 1 eingehalten.

#### 5. Beispiel

Eine Platte aus Polycarbonat (Lexan HF110R des Herstellers General Electric Plastics) mit Kanälen und dazwischen liegenden Stegen einer Breite von jeweils 125 μm und einer Länge von 10 mm konnte mit einer Polycarbonat-Folie (Europlex von Rhöm AG) einer Dicke von 175 μm verbunden werden. Hierzu eigneten sich Mischungen von Butylacetat und Methanol sowie Butylacetat und 1-Propanol jeweils im Verhältnis 1:1 sowie Cyclopentanon und 1-Propanol im Verhältnis 2:3 bei Bedingungen wie sie zu Beispiel 1 beschrieben wurden.

# 6. Beispiel

Zwei mikrostrukturierte Platten der Abmessungen  $20 \times 45$   $20 \times 2$  mm aus einem Copolymer auf der Basis von Cycloolefinen und Ethylen (Marke Topas, Typ 5014 der Firma Hoechst) wurden mit Heptan bei gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 verbunden. Gute Ergebnisse wurden ebenfalls mit einer Mischung aus di-n-Butylether und tert.-Butylmethylether im Verhältnis 1:1 erhalten, wobei als zweites Werkstück eine 20  $\mu$ m dicke Folie sowohl aus einem Polymer auf der Basis Cylcoolefin und Ethylen als auch aus einem Cycloolefinpolymer (Marke Zeonex der Firma Nippon Zeon) verwendet wurde.

## 7. Beispiel

Zwei mikrostrukturierte Platten (20 × 20 × 2 mm) aus Polysulfon (Marke Ultrason, Typ S1010 der Firma BASF) 60 wurden unter Verwendung von Aceton als Lösungsmittel und Einhaltung der Versuchsbedingungen von Beispiel 1 verbunden. Weiterhin wurden Mischungen aus Cyclohexanon und n-Butylether erfolgreich eingesetzt.

## 8. Beispiel

Zum Verbinden zweier transparenter, mikrostrukturierter

8

Platten (20 × 20 × 2 mm) aus Polystyrol (Marke Vistyron, Typ 325 der Firma Hüls) wurde tert.-Butylmethylether bei den zu Beispiel 1 beschriebenen Versuchsbedingungen verwendet. Darüber hinaus wurden 1:1 bis 4:1 Mischungen aus Decahydronaphthalin und n-Decan mit einer 100 um dicken Folie (Typ 2710 von BASF) als zweites Werkstück mit gutem Ergebnis verwendet.

#### 9. Beispiel

Zwei mikrostrukturierte Werkstücke aus Polyoxymethylen (Typ C9021 von Hoechst) oder Polybutylenterephthalat (Typ Ceranex 2000-3 von Hoechst) wurden mit Hexafluorisopropanol entsprechend den Bedingungen des Versuchs zu Beispiel 1 verbunden.

# 10. Beispiel

Zwei 125 µm dicke Folien aus Polyethylenterephthalat (Mylar-Folie von Du Pont), wobei die erste Folie einen Kanal mit einem quadratischen Querschnitt von 50 µm und einer Länge von 2 cm aufwies, wurden mit einer 1:5 Mischung aus Hexafluoroisopropanol und Dichlormethan miteinander verbunden. Die zweite Folie wurde derart auf der ersten Folie positioniert, daß die beiden Enden des Kanals zur Umgebung hin offen waren. Das Lösungsmittel wurde gemäß der dritten Ausführungsform durch Heraussaugen mittels Unterdruck entfernt.

#### Versuchsergebnisse

Die miteinander verbundenen Platten und Folien wurden im Lichtmikroskop im leeren Zustand sowie gefüllt mit einer wäßrigen Farbstofflösung untersucht. In allen Versuchen erwiesen sich die miteinander verbundenen Stellen als homogen. Risse und eingeschlossene Blasen konnten nicht beobachtet werden. Die Mikrostrukturen blieben erhalten und die zwischen den Nuten liegenden Zwischenstege wurden vollständig mit der aufgebrachten Platte bzw. Folie verbunden, so daß die mit der Farbstofflösung gefüllten Kanäle durch die intakten Zwischenstege vollständig voneinander getrennt waren. Die nach den Beispielen 1 bis 3 und 6 bis 8 miteinander verbundenen Werkstücke ließen sich nur unter Zerstörung der Strukturen voneinander trennen. Weniger stark hafteten die nach den Beispielen 4, 5, 9 und 10 verbundenen Platten, bei denen nach einer Trennung die Strukturen zwar erhalten blieben, aber deren Verbindungsflächen deutliche Beschädigungen aufwiesen.

Abb. 1 zeigt die Aufnahme eines erfindungsgemäßen Bauteils, das einen mit Nuten versehenen Kunststoffchip aus PMMA einer Größe von etwa 2 cm x 2 cm umfaßt, auf dessen Oberfläche eine PMMA-Folie einer Dicke von 125 µm nach dem erfindungsgemäßen Verfahren aufgebracht wurde. Als Lösungsmittelgemisch wurde Butylacetat und 1-Propanol im Verhältnis 1:1 verwendet und die Versuchsbedingung zu Beispiel 1 eingehalten. Durch das Aufkleben der Kunststoffolie wurden auf der mikrostrukturierten Oberfläche des Kunststoffchips Kanäle gebildet, die vom Randbereich her mit der Umgebung verbunden waren. Zum Sichtbarmachen der Mikrostrukturen wurden die Kanäle mit einer wäßrigen Farbstofflösung gefüllt, die hier als dunklere Bereiche zu erkennen sind. Die unbefüllten Bereiche, also die die Kanäle abgrenzenden Stege, die mit der darüberliegenden Folie verbunden wurden, sind als helle Li-65 nien erkennbar.

Auf der Oberfläche des Kunststoffchips befinden sich Gruppen von Stegen einer Höhe von 70 µm. Auf der linken Hälfte der Abb. 1 sind 12 Paare von benachbarten Stegen

angeordnet, wobei zwischen je zwei Stegen (helle Linien) einer Breite von ca. 300 µm und einer Länge von ca. 10 mm ein Kanal (dunkle Linie) einer Breite von etwa 125 µm liegt. Auf der rechten Hälfte der Abb. 1 sind 9 Gruppen von benachbarten Stegen übereinander angeordnet, wobei zwischen je zwei Stegen (breite helle Linien) einer Breite von etwa 300 µm und einer Länge von etwa 10 mm sich drei weitere Stege (schmale helle Linien) einer Breite von 125 µm befinden, so daß in jeder Gruppe 4 Kanäle (schmale dunkle Linien) einer Breite von etwa 125 µm liegen.

Die Verbindungsstellen (helle Linien) zwischen dem Kunststoffchip und der Folie sind vollständig ausgebildet und homogen. Risse oder Blasen sind an den Verbindungsstellen nicht erkennbar. Daher eignet sich das erfindungsgemäße Verfahren besonders zur Realisierung von miniaturisierten Fluidiksystemen, beispielsweise für biotechnologische Anwendungen.

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren zum Verbinden von zwei Werkstücken, von denen zumindest das erste Werkstück an der zu verbindenden Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist, bei dem
  - a) zwischen die zu verbindenden Werkstücke mindestens ein organisches Lösungsmittel aufgebracht wird, das den Kunststoff der zu verbindenden Fläche mindestens eines Werkstücks anzulösen vermag,
  - b) die beiden Werkstücke so miteinander in Kontakt gebracht werden, daß die überwiegende Anzahl der zwischen den Mikrostrukturen liegenden Hohlräume mit der Umgebung in Verbindung steht.
  - c) nach einer kurzen Verweilzeit durch Anlegen eines Unterdrucks das zwischen den beiden Werkstücken befindliche Lösungsmittel zumindest weitgehend entfernt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Anlegen des Unterdrucks derart erfolgt, daß der Druck der Umgebung der beiden Werkstücke abgesenkt wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an zwischen den Mikrostrukturen liegenden, 45 mit der Umgebung verbundenen Hohlräumen der Unterdruck derart angelegt wird, daß der Druck in diesen Hohlräumen gegenüber dem Druck der Umgebung der beiden Werkstücke abgesenkt wird.
- 4. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, 50 dadurch gekennzeichnet, daß der Druck unter den Dampfdruck des am niedrigsten siedenden Lösungsmittels abgesenkt wird.
- 5. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck unter den 55 Dampfdruck des am höchsten siedenden Lösungsmittels abgesenkt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Unterdruck derart an zwischen den Mikrostrukturen liegenden Hohlräumen, die über mindestens 60 zwei Öffnungen mit der Umgebung in Verbindung stehen, angelegt wird, daß Luft durch diese Hohlräume gesaugt wird.
- 7. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als erstes Werkstück ein 65 Werkstück mit Mikrostrukturen an der zu verbindenden Fläche mit kleinsten Strukturabmessungen < 500 µm verwendet wird.

- Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als zweites Werkstück eine Kunststoffolie einer Dicke von < 250 μm verwendet wird.</li>
- 9. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß nach einer Verweilzeit von weniger als 1 Stunde, vorzugsweise von weniger als 10 min, der Unterdruck angelegt wird.
- 10. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest als erstes Werkstück ein Werkstück, das an der zu verbindenden Fläche Mikrostrukturen aus einem Thermoplasten ausreichender Löslichkeit aufweist, verwendet wird.
- 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß als Thermoplast ein Polymethylmethacrylat, Polycarbonat, Polystyrol, Polyoxymethylen, Polyetheretherketon, Polysulfon, Polybutylenterephthalat, Polyethylenterephthalat, Polyvinylidenfluorid, Cycloolefinpolymer, Copolymer auf der Basis von Cycloolefinen und Ethylen oder ein Copolymer auf der Basis von Acrylnitril, Butadien und Styrol verwendet wird
- 12. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß als zweites Werkstück ein Werkstück aus einem Glas oder Quarzglas verwendet wird.
- 13. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Lösungsmittel aus der Gruppe der niedermolekularen (C<sub>1</sub>–C<sub>10</sub>) gesättigten oder ungesättigten linearen, verzweigten oder cyclischen, gegebenenfalls substituierten Alkane, Alkohole, Ether, Ester, Aldehyde, Ketone, N, N-Dialkylamide oder aromatischen Verbindungen verwendet wird.
- 14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Lösungsmittel aus der Gruppe Dichlormethan, Trichlormethan, Trichlorethylen, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan, Decan, Decahydronaphthalin, Methanol, Ethanol, Propanol, Hexafluorpropanol, Butanol, Pentanol, Hexanol, tert.-Butylinethylether, di-n-Butylether, Tetrahydrofumn, Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl- oder Pentylacetat, Aceton, Hexafluoraceton-Hyd rate, Methylethylketon, Methylisobutylketon, Cyclopentanon, Cyclohexanon, Toluol oder Xylol verwendet wird.
- 15. Bauteil umfassend mindestens zwei miteinander verbundene Körper, von denen mindestens ein Körper an der mit dem anderen Körper verbundenen Fläche Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Strukturabmessungen < 1 mm aufweist, wobei die überwiegende Anzahl der zwischen den Strukturen liegenden Hohlräume mit der Umgebung in Verbindung steht und wobei beide Körper mittels eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 14 miteinander verbunden sind.
- 16. Bauteil nach Anspruch 15 gekennzeichnet durch Mikrostrukturen zum Lagern, Durchleiten, Dosieren, Mischen, Trennen, Wärme Tauschen, chemischen Umsetzen oder/und Detektieren von mindestens einem Stoff.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag: **DE 198 51 644 A1 C 09 J 5/02**5. August 1999

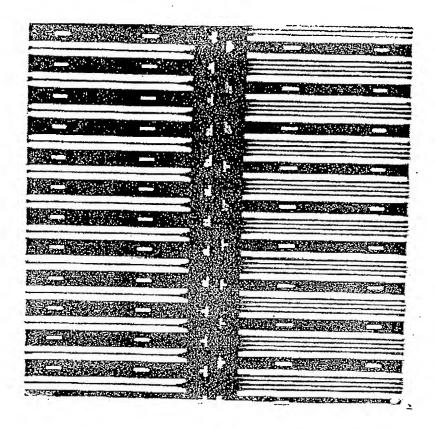


Abb. 1